Searching PAJ Page 1 of 1

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

56-150026

(43)Date of publication of application: 20.11.1981

(51)Int,Cl.

0070 19/02

CO7C 17/16

(21)Application number : 55-052694

(71)Applicant: SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing:

21.04.1980

(72)Inventor: HABATA KIICHI

ICHIKAWA KESAJI SHIMIZU MUTSUO

(54) PREPARATION OF METHYL CHLORIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain methyl chloride in high yield and purity, at lower temperatures in a high reaction rate and a longer catalyst life in the reaction of methyl alcohol with hydrogen chloride, by using a quaternary ammonium halide salt as a catalyst.

CONSTITUTION: Methyl alcohol in an amount of about 10W30% excess, is reacted with hydrogen chloride in the presence of a quaternary ammonium halide salt, preferably a quaternary salt of pyridine, more preferably N-methyl pyridinium chloride, at about 100W200°C, preferably 130W150°C, to give methyl chloride at low temperatures at a sufficiently high reaction rate. This method has advantages as follows: very little dimethyl ether is formed as a by-product and the purification after the readily achieved due to the difficult entrainment of the catalyst by the methyl chloride. The catalyst has a very long life, and the reaction volume for a given production may be smaller than the conventional one.

			4,	
		Ţ.		

① 日本国特許庁 (JP)

のおお出際公開

の公開特許公報(A)

昭56-150026

@ist. Ct.* C 07 C 19/02 17/16 概划起号

/方/特整學服务 7248—411 多公鄉 86和66年(1981)11月20日

発明の数 1 審直請求 未請求

(金 3 萬)

の単化メチルの製造方法

(0) NE 5955-52694

②出 ■ №35(1980)4月21日

分於 明 孝 伽田紀一

高級市八千代町3-17-4

多花 明 看 市川今期治

新始 市下 例 同 即 873 — 2

份免 明 者 滑水醛夹

安中市概率3-11-20

の出 票 人 信息化学工業株式会社

東京都干代即区大学町2丁目6

※1号

0代 理 人 弁理士 山本苑一

48 88 88

3、意识的条件

塩化/サルの製物方法

- 2. 等等需求の影響
 - 1. ※ボアンモニウェハライド窓の存寄下に、メ サシアシコールと発電水象とを関係させること を効能とする例をメテンの機能方法。
- 3. 希腊の外部大統領

本指導政策企义《本的製造方法に属するもので ある。

製作水学とノテルアルコールとから製作ノテル を対応する工がの方法としてが、(リアルミナなど のが必を高いて変化水本とノテルアルコールとを 気が変定させる方法、および(2)等後数約などの数 数を与いて変化水気とノテルアルコールとを整理 変容させる方法が知られている。

让加上分别名。(1)的被邻覆这些江南的文献。是

応報機会ものかへらられてお説的的品くする必然 があり、アメテルエーテルの創無が多く、発電系 化も含むいとかで不同がある。

また、他の気料及の無においては、大学機能な 会会ででいる。 上記機能なの法と関係にクノや ルメーテルが動性し続い不利があるほか、原料施 化水素にともなり水および性的により楽じたませ 無色をせて持く必要があるためにあるの例エネル オーを必要とし、また皮を透明が小さく、米里を 物を水素的よけノルタルコールの大がかりな問 の無償の必要となるという不利がある。

的发生的要求的是人工。(一个不是有证据4.0、 2.0 在这个个本有生态概念我们的是不知能 全额用する方面(特殊等 5 4 - 1 9 7 0 4 等分码 >、あるいは無数でかくかに会場を確認を認定し 大型線を使用する方面(特別網 5 1 - 1 18 7 9 7 等金級)が経過されているが、数等の方面では至 の機能がより、よりのであり、複別の要求

188035-150025(2)

Branchen, Executerman BREEFERT COSSICEASO, BEOF MTHENNE NO O-150 TEMMON N. ABBURHERMENNOOF TOR つて、顔見すべきものではないという不動がある。 本规则省与敌、经激励器制度的结果。メテルアル コールと高化水面とな風俗させるべあたり、粉盤 として際照すいるエカムハライド家を優勝すると、 (1)10日~20日での低い気影器変で充分に大き い異なる電で物化メデルが得られる、個額生シメ アルスーケルが参客に少ない。倒然級の商命が挙 常に良い、秘密得が生然複化メタル中へ総件しに くい、個親影響異然大力いので微泉機に比べ一度 生産器では気容器器が今まくてよい。などのすく れた新君が与えるれることを確認し、 本題明を第 SS 2. 20 ..

STANDERMINETS.

ようになり、必然に無数数があじる。一方308 て限定になると、熱端な一部分部が組るため終め が切かくなるだか、信政権化メデル(ガスな)や への登場の無数が起り好ましくない。したがつて よりが確に成反応機能を130~180でとする ことであり、これによれば砂路の分別や無数は数 みず、演奏の30~400℃の反応機能に近べ 大のに残いため、シメデルエーデルの動き器は多 むめて少ないという到底が与えられる。

があらりは締みの容易性からはは文気をで行う
のがよいが、効果状態でも何をえない。いずれなしても以及各社で、を応によりが出する水がよび
全技力のメテルアルコールが及応等より方面に容 別に必如さい異皮がよび思力をおとすべきである。

物化水素とメチャアルコールとの原でもの技術 いずれが必然であってもよいが、メチルアルコー ルがあまりに指数であると、微化水像の異容率が 激に下ってくる物面がみられるので、好ましく体 本義別の方法で製剤される数据としての発現す
とそれつれれて「整としては、場所的要別。及

の存在などの点からビリウンの回移場が得まして、

物にメージャンピリンウムフロサイドが経過とされる。このものは存在が動く及応温度が大きいた

む、後来の中心中心を放けたべて少数で見めの及

でな及好に基めることができる。また、反応機能

では放伏でおなてるため、反応収分との発性を呼

あかに行うことができ、総化メナル症状の高定能

高数別及だ可能である。まらにまた契約な点は

次次の針縁に述べてリメヤルエーナルの創生器が

少なく、したがつて反応終了他の発動がきわめて

思知であり、込むにこつては影別はずにそのまま

要託とすることができることである。

本教明の方法を行うにあれって。果存及を以称 184~288ととすればよい。160と以下に なると、最終教育が強くなって収率が無くなるは 4. 米度高物をよび動物する水が異常品的に残る

メナルアルコールを10~30%機関函数とすることがよく。これによれば磁化水放展容器の8% 必よを磁波することができる。

oka, kanamaksus. Tan

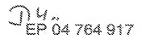
内容機当りの場、影響すり如て近に窓がする影の所はかけたガラスカラムの東容器的は、ガーメデルビリンのようでするできた込み、総ガラスのを参数してカラムを変えり選手の実施がなか様人を成ら、器門をよりなでしてからない。 またしてメテルアルコールとを発送より値がするなどのない。 民間を振動的に行わせた。

変数がおから出てくるを感覚のガスを一まる その最初数をあして配金したホルスび本点をメヤ ルブルコールを発展分配しくこの最初的には特化 水器も含せれていた)。さらにドライアイメ物数 されたトラップで主収等化メナルをおびにて機能

1220356-150026(3)

した。 新築は後に来すとおりであつた。 ただし、ショナルエー テルの勘定権 ガスクロマ トグラフィにより行つた。

3	\$	å	*	\$	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~
3 5 8	3 8 0	120	155	8 \$ 5	3 8 8	3 8 9
参观 文	涉及大	火然是	水果器	大然既	次然 签	8 終文
28 %	8 8	3 0 0	\$ 5	800	386	198
948	3 4 3	233.3	182.8	7 8.0	8 0. 3	2 2.4
4 5. 3	458	8033	2 8 8 3	1848	8 8 9. 8	% s. 0
3.27	1.27	2. 8 3	3.8 %	8 23	\$ 8 4	8.8 8
581	\$ \$ 2 2	3882	3888	1482	1238	:087
200	8 9 6		8 8.0	1247	\$ 2 6.8	30 & 6
554	1188	2033	1355	1 3 5 6	\$ 2 6 5	1049
8 % 2	822	7 2.8	\$ £ &			
				100	\$ 8.4	\$ 5. ž
1860	288	800>	300>	396>	800	500
		\$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$	\$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$	350 350 150 155 \$\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\fra	150 150 150 150 155 155 155 155	150 150 150 150 155 150 150



Extract from:

Japanese Unexamined Patent Application 56-150026

Example

5 N-Methylpyridinium chloride was charged to a glass reaction vessel fitted with a glass bubble plate column at the bottom, with internal volume 500 ml and diameter 50 mm; the temperature was raised to 150°C whilst supplying some nitrogen gas from the base of the column through the glass bubble plates; introduction of nitrogen gas was stopped; and reaction was carried out continuously by supplying hydrogen chloride gas and gaseous methyl alcohol through the bubble glass plate from the base of the column, whilst regulating the temperature inside the vessel to 150°C.

The mixture of gases formed which emerged from the top of the reaction vessel were passed through a condenser at -20°C and by-product water and unreacted methyl alcohol were condensed and separated (the condensed liquid also contained hydrogen chloride); the methyl chloride formed was collected in liquid form in a trap cooled with dry ice. The results were as given in the Table.

25

However, the dimethyl ether measurements were carried out by means of gas chromatography.

STORIEST NO.	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	6.4	m	4.	2,875	S	<i>د</i> ~
Companies (C)	150	130	130	130	130	120	\$ <u>\$</u>
The state of the s	amospheric	atmospheric	amosphana	acmospheric	atmospherie	amostásome	atmespheric
Aconomic of cataliest assistant (v)	8	Ŗ	33	8	8	86	8
State State State Control of State State Control (B)							
THISTORY OF BUT HOUSE SHIPPINGS	30.6	20.7	2.04 2.04 2.04 2.04	152.0	0.6%	80.3	47.7
Methy acoust (grout)	20. 20.	45.3	203.3	39.3	38.3	100.1	0.40
11 y 13 y 15 y 15 y 15 y 15 y 15 y 15 y		*******					
Man fano, memby archiventy and ogen		1.23	347	80	0.64	0.8%	207
	8	1259	2880	3825	1402	1232	1057
Kaw material space versuity (n							
Amonn of nethyl chloride produced							
Ser Bour (g)	9.09	59.6	204.0	0.66	124.3	126.3	0.40
ner reaction volume (kg/m² hour)	604	200	2039	1982	1250	1265	242
Hydrogen chloride reaction rate (%)	96.2	95.2	er ni	51.5			
Methyl atochist reaction rate (%)					2	4.00	
Amount of dimethyl ether in methyl chloride (ppm)	1800	902	<u>\$</u>	300	3000	300	200